

(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENT- UND
MARKENAMT

Offenlegungsschrift

(10) DE 199 08 623 A 1

(51) Int. Cl.⁷:
C 03 B 23/047
C 03 B 37/025

Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

(71) Anmelder:

Schott-Geräte GmbH, 65719 Hofheim, DE

(72) Erfinder:

Riege, Günter, 65195 Wiesbaden, DE

(56) Entgegenhaltungen:

DE 195 36 960 A1
DE 690 04 508 T2
EP 02 59 877 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasrörchen sowie deren Verwendung

(57) Es wird ein Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasrörchen aus einem Glasrohr mit präzisem, vorbestimmtem Innendurchmesser beschrieben. Bei dem erfundungsgemäßen Verfahren wird die Außenfläche des Glasrohrs mechanisch überarbeitet unter Erzeugung eines präzisen, vorbestimmten Außendurchmessers und einer präzisen, vorbestimmten Wanddickenverteilung. Das Glasrohr wird auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur erwärmt, gleichmäßig gezogen, der Außen- und Innendurchmesser wird an wenigstens einem Meßpunkt radial zur Ziehrichtung ständig gemessen, die Meßwerte werden mit den vorbestimmten Sollwerten verglichen, die Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur und die Nachschub- und Abziehgeschwindigkeit des Glasrohrs wird, abhängig vom Vergleich, geregelt und eingestellt bis die Meßwerte mit den Sollwerten übereinstimmen, und die Präzisionsglasrörchen werden abgelängt und ggf. einseitig verschlossen.

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasrörchen aus einem Glasrohr mit präzisem, vorbestimmtm Innendurchmesser, sowie deren Verwendung.

Die Herstellung von Präzisionsglasrörchen, d. h. Glasrörchen mit ganz geringen Maßabweichungen (Toleranzen) ist sehr aufwendig und mit hohen Herstellungskosten verbunden.

So müssen beispielsweise Präzisionsglasrörchen zur Verwendung als Probenträger für magnetische Kernresonanz-Untersuchungen Außendurchmesser von 3,0 mm bis 15,0 mm mit einer Toleranz von $\leq \pm 0,007$ mm und eine sehr geringe Wanddickenverteilung von 0,25 mm mit einer Toleranz von $\leq \pm 0,005$ mm aufweisen.

Um die geforderten Maße und geringen Maßabweichungen zu erreichen, müssen die nach konventionellen, kontinuierlichen Rohrzugverfahren hergestellten Glasrörchen einer aufwendigen Nachbehandlung unterzogen werden. So wird zuerst nach einem konventionellen Verfahren ein Glasrörchen gezogen, das in etwa die geforderten Maße aufweist. Das erhitze Glasrörchen wird dann nach dem KPG-Verfahren weiterbearbeitet, um eine präzisen, vorbestimmten Innendurchmesser mit geringen Toleranzen zu erreichen. Nach dem einseitigen Verschließen des Glasrörchens wird die Außenfläche bis zur Erreichung des gewünschten Außendurchmessers bzw. der gewünschten Wanddickenverteilung geschliffen und anschließend, zur Erreichung der ursprünglichen Transparenz, poliert.

Neben der aufwendigen Herstellung und den damit verbundenen hohen Kosten ist die Endausbeute an Präzisionsglasrörchen, die den Anforderungen entsprechen, sehr gering.

Daher ist es Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zu finden, das eine einfache und kostengünstigere Herstellung von Präzisionsglasrörchen erlaubt, das eine geringe Fehlerquote und damit eine höhere Endausbeute ermöglicht, wobei die geforderten Maße genau eingehalten werden sollen und die Maßabweichungen die Güte bisheriger Verfahren erreichen oder gar unterschreiten sollen.

Diese Aufgabe wird mit dem im Patentanspruch 1 beschriebenen Verfahren gelöst.

Bei dem erfundsgemäßen Verfahren handelt es sich um ein Nachbearbeitungs- und Wiederziehverfahren.

Ein fertiges Glasrohr mit präzisem, vorbestimmten Innendurchmesser, mit vorbestimmtm Außendurchmesser und vorbestimmter Wanddickenverteilung, beispielsweise ein nach einem konventionellen, kontinuierlichen Rohrziehverfahren hergestelltes und nach dem KGP-Verfahren innenkalibriertes Glasrohr, wird an dessen Außenfläche unter Erzeugung eines präzisen, vorbestimmten Außendurchmessers und einer präzisen, vorbestimmten Wanddickenverteilung mechanisch überarbeitet.

Das so hergestellte und nachbearbeitete, noch relativ dicke Glasrohr weist bereits alle Merkmale bezüglich der geforderten Maße und Maßgenauigkeiten des herzustellenden Präzisionsglasrörchens auf. So entsprechen beispielsweise die Verhältnisse Außendurchmesser zu Wanddickenverteilung, Außendurchmesser zu Innendurchmesser und Wanddickenverteilung zu Innendurchmesser genau den Verhältnissen des herzustellenden Präzisionsglasrörchens.

Das Glasrohr wird in einem weiteren Verfahrensschritt auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur erwärmt, wobei die Erwärmung bevorzugt gleichmäßig erfolgt.

Unter gleichmäßigem Ziehen des erwärmten Glasrohrs, beispielsweise in einer an und für sich bekannten Wiederziehanlage, unter Berücksichtigung der oben genannten Ver-

hältnisse, wird ein dünnwandiges, langes Präzisionsglasrörchen hergestellt.

Um das geforderte Endmaß und die geringen Toleranzen zu erreichen, wird sowohl der Außendurchmesser, als auch der Innendurchmesser des gezogenen Glasrohrs ständig, wenigstens an einem Meßpunkt radial zur Ziehrichtung, gemessen. Die Meßwerte werden mit den vorbestimmten Sollwerten des Präzisionsglasrörchens verglichen. Dabei hat sich zur Ermittlung der Meßwerte die Anwendung von Laser-Meßverfahren besonders bewährt.

Durch direktes automatisches Regeln und Einstellen der Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur und der Nachschub- und Abziehgeschwindigkeit des Glasrohrs, abhängig vom Vergleich der Meß- und Sollwerte, bis die Meß- und Sollwerte übereinstimmen, werden die präzisen, vorbestimmten Maße und Toleranzen der Präzisionsglasrörchen eingestellt. Anschließend werden die Präzisionsglasrörchen abgelängt und ggf. einseitig verschlossen.

Bevorzugt wird das frisch gezogene Glasrohr (Präzisionsglasrörchen) gleichmäßig abgekühlt, was beispielweise dadurch erreicht wird, daß das Verfahren in einem temperierten, zugfreien Raum, der über eine Schleuse zu betreten ist, durchgeführt wird.

In einer weiteren, bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens wird ein mechanisch überarbeitetes Glasrohr mit präzisen, vorbestimmten Maßen und Toleranzen derart wiedergenommen, daß die daraus hergestellten Präzisionsglasrörchen einen um den Faktor 3 bis 50 geringeren Außen- und Innendurchmesser, und eine entsprechend geringere Wanddickenverteilung und Toleranz aufweisen als das ursprüngliche Glasrohr.

Im Gegensatz zum bisherigen Herstellungsverfahren, bei dem jedes dünnwandige, und damit leicht zerbrechliche Glasrörchen mechanisch nachbearbeitet wurde, lassen sich nach dem erfundsgemäßen Verfahren aus einem relativ dicken, und damit schwerer zerbrechlichen Glasrohr, das sich einfacher mechanisch nachbearbeiten läßt, sehr viele dünnwandige Präzisionsglasrörchen herstellen. Das erfundsgemäße Verfahren ist nicht nur kostengünstiger und weniger aufwendig als das bisherige Verfahren, sondern es zeichnet sich auch durch eine höhere Endausbeute und geringere Fehlerquote aus.

Es können nach dem erfundsgemäßen Verfahren Präzisionsglasrörchen hergestellt werden, die die geforderten Maße und Maßabweichungen exakt einhalten.

Die nach dem erfundsgemäßen Verfahren hergestellten Präzisionsglasrörchen weisen bevorzugt einen Innendurchmesser von 0,5 mm bis 19,5 mm, insbesondere von 3,5 mm auf, wobei die Toleranz bevorzugt kleiner als $\pm 0,01$ mm, insbesondere kleiner als $\pm 0,007$ mm ist.

Der Außendurchmesser weist bevorzugt 1,0 mm bis 20,0 mm, insbesondere 5,0 mm auf, wobei die Toleranz bevorzugt kleiner als $\pm 0,01$ mm, insbesondere kleiner als $\pm 0,007$ mm ist, und die Wanddickenverteilung weist bevorzugt 0,10 mm bis 0,50 mm, insbesondere 0,20 mm bis 0,40 mm und besonders bevorzugt 0,25 mm auf, wobei die Toleranz kleiner als $\pm 0,01$ mm, insbesondere kleiner als $\pm 0,007$ mm ist.

Des weiteren erfolgt die mechanische Überarbeitung des innenkalibrierten Glasrohres bevorzugt mittels eines Diamantwerkzeugs, und besonders bevorzugt erfolgt die mechanische Überarbeitung der Außenfläche des Glasrohrs mittels Schleifen, dabei wird die Außenfläche des Glasrohrs solange geschliffen, bis die geforderten Maße und Toleranzen erreicht sind.

Dadurch, daß das mechanisch überarbeitete Glasrohr wiedergezogen wird, ist ein aufwendiges Polieren der geschliffenen Außenfläche nicht notwendig, da sich die geforderte

Transparenz der Präzisionsglasrörchen nach dem Wiederziehen von alleine einstellt.

Bevorzugt werden Glasrohre, die eine Länge von 500 mm bis 2000 mm aufweisen, nach dem erfundungsgemäßen Verfahren mechanisch überarbeitet und wiedergezogen.

Die resultierenden Präzisionsglasrörchen werden bevorzugt auf 150 bis 300 mm abgelängt.

Das anschließende einseitige Verschließen der Präzisionsglasrörchen kann über einen an und für sich bekannten Bodenformautomat erfolgen, was eine weitere Reduzierung der Herstellungskosten bedeutet.

Bevorzugt finden die Präzisionsglasrörchen Verwendung als Probenaufnehmeröhrchen für analytische Untersuchungen, insbesondere für magnetische Kernresonanz-Untersuchungen.

Das folgende Beispiel erläutert die Erfindung.

Beispiel

Ein nach dem KPG-Verfahren hergestelltes Glasrohr mit einem präzisen Innendurchmesser von 70,0 mm und einer Toleranz des Innendurchmessers von $\pm 1,5$ mm wird mittels Schleifen an dessen Außenfläche mechanisch überarbeitet, wobei ein präziser Außendurchmesser von 80,0 mm mit einer Toleranz von $\pm 1,5$ mm erzeugt wird. Der Außendurchmesser des Glasrohrs liegt vor dem Schleifen bei ≥ 80 0 mm $\pm 1,5$ mm. Die Wanddickenverteilung wird dabei auf 5,0 mm mit einer Toleranz von $\pm 1,0$ mm eingestellt. Das Glasrohr wird auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur erwärmt. Die jeweilige Temperatur kann für ein bestimmtes Glas der Literatur entnommen oder experimentell festgestellt werden. Unter gleichmäßigem Ziehen des Glasrohrs in einer Wiederziehanlage wird ein langes, dünnes Präzisionsglasrörchen mit einem Außendurchmesser von 5,0 mm mit einer Toleranz von $\pm 0,094$ mm, einem Innendurchmesser von 4,38 mm mit einer Toleranz von $\pm 0,094$ mm und einer Wanddickenverteilung von 0,31 mm und einer Toleranz von $\pm 0,06$ mm hergestellt. Das Präzisionsglasrörchen wird auf jeweils 200 mm abgelängt und einseitig verschlossen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Präzisionsglasrörchen aus einem Glasrohr mit präzisem, vorbestimmtem Innendurchmesser, gekennzeichnet durch die Schritte,

- mechanisches Überarbeiten der Außenfläche des Glasrohrs unter Erzeugung eines präzisen, vorbestimmten Außendurchmessers und einer präzisen, vorbestimmten Wanddickenverteilung,
- Erwärmen des Glasrohrs auf dessen Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur,
- gleichmäßiges Ziehen des Glasrohrs unter Beibehaltung der Verhältnisse Außendurchmesser zu Wanddickenverteilung, Außendurchmesser zu Innendurchmesser und Wanddickenverteilung zu Innendurchmesser,
- ständiges Messen des Außen- und Innendurchmessers des gezogenen Glasrohrs an wenigstens einem Meßpunkt radial zur Ziehrichtung,
- Vergleichen der Meßwerte mit vorgegebenen Sollwerten,
- Regeln und Einstellen der Verarbeitungs- bzw. Ziehtemperatur und der Nachschub- und Abziehgeschwindigkeit des Glasrohrs, abhängig vom Vergleich, bis die Meßwerte mit den Sollwerten übereinstimmen, und

- Ablängen und ggf. einseitiges Verschließen der Präzisionsglasrörchen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das gezogene Glasrohr (Präzisionsglasrörchen) gleichmäßig abgekühlt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein um den Faktor 3 bis 50 geringerer Außen- und Innendurchmesser und eine entsprechend geringere Wanddickenverteilung und Toleranz der Präzisionsglasrörchen gegenüber dem mechanisch überarbeiteten Glasrohr eingestellt wird.

4. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein Innendurchmesser der Präzisionsglasrörchen von 0,5 mm bis 19,5 mm, insbesondere von 3,5 mm eingestellt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine Toleranz des Innendurchmessers von kleiner $\pm 0,01$ mm, insbesondere kleiner $\pm 0,007$ mm eingestellt wird.

6. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß ein Außendurchmesser der Präzisionsglasrörchen von 1,0 mm bis 20,0 mm, insbesondere von 5,0 mm eingestellt wird.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet,

daß eine Toleranz des Außendurchmessers von kleiner $\pm 0,01$ mm, insbesondere von kleiner $\pm 0,007$ mm eingestellt wird.

8. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß eine Wanddickenverteilung der Präzisionsglasrörchen von 0,1 mm bis 0,5 mm, insbesondere von 0,2 mm bis 0,4 mm eingestellt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Toleranz der Wanddickenverteilung von kleiner $\pm 0,01$ mm, insbesondere von kleiner $\pm 0,007$ mm eingestellt wird.

10. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß ein Glasrohr, das eine Länge von 500 mm bis 2000 mm aufweist, gezogen wird.

11. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Präzisionsglasrörchen auf 150 mm bis 300 mm abgelängt werden.

12. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Außenfläche des Glasrohrs mittels Diamantwerkzeugen mechanisch überarbeitet wird.

13. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Außenfläche des Glasrohrs mittels Schleifen mechanisch überarbeitet wird.

14. Verfahren nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Glasrohr mit präzisem, vorbestimmtem Innendurchmesser nach dem KPG-Verfahren hergestellt wird.

15. Verwendung von nach wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 14 hergestellten Präzisionsglasrörchen als Probenaufnehmeröhrchen für analytische Untersuchungen, insbesondere für magnetische Kernresonanz-Untersuchungen.

- Leerseite -